



Sintesis Nanosilika dari Sekam Padi Menggunakan Metode Sol Gel dengan Pelarut Etanol

Arenst Andreas*, Hans Kristianto, Devi Fitriani Kurniawan

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri
Universitas Katolik Parahyangan, Ciumbuleuit 94 Bandung 40141

*E-mail: arenst@unpar.ac.id

Abstract

Rice husk is a byproduct of the milling process of paddy into rice. Silica can be obtained from rice husk to be utilized in various fields in the industry into high value products, one of them is nanosilica. Nanosilica can be obtained from rice husk using sol gel method with ethanol solvent. Before using sol gel method, performed insulating silica from rice husk using leaching method with citric acid solvent and combustion method. The purpose of this research is to study the effects of feed ratio (sodium silica): solvent (ethanol) and aging time on sol-gel method on the physical characteristics and morphology of nanosilica. Variations were made in the sol-gel method consists of variations in the volume of sodium silica: ethanol is 1: 9, 1:16, and 1:23. Moreover, variations of aging time is 1, 3, and 7 days. Characteristics of nanosilica were analyzed using SEM (Scanning Electron Microscope) + EDX (Energy Dispersive X-Ray) and XRD (X-Ray Diffraction). At variations of ethanol solvent, the best variety is 1:16 for providing the highest purity silica (56.85%). While at the time variation of aging, aging time for 7 days giving highest silica purity results and the smallest size diameter.

Keywords: Silica, Nanosilica, Leaching, Sol Gel

Pendahuluan

Tanaman padi merupakan tanaman pangan yang sangat penting dan diproduksi mencapai 60 juta ton per tahun (Rusono et al., 2013). Produksi padi yang sangat besar mengakibatkan jumlah hasil samping yang juga sangat melimpah. Pemanfaatan limbah padi di Indonesia sudah banyak dilakukan terutama untuk bidang pertanian, namun pemanfaatan untuk bidang industri masih terbatas, padahal beberapa sifat yang ada dalam limbah tersebut baik sifat fisik atau kimia dapat dimanfaatkan lebih lanjut untuk bidang industri (Sularjo, 2013).

Proses penggilingan padi menghasilkan 20 – 22% sekam padi (Prasad, 2011). Produksi sekam padi di Indonesia yaitu sekitar 15 juta ton dan meningkat setiap tahunnya. Pemanfaatan sekam padi untuk produk - produk yang bernilai ekonomi tinggi masih relatif terbatas karena sifat sekam padi yang kasar, bernilai gizi rendah, memiliki kerapatan yang rendah, dan kandungan abu yang cukup tinggi (Houston, 1972). Padahal sekam padi memiliki kandungan silika yang cukup besar yaitu sebesar 9,01% (Soltani, 2014). Silika dari sekam padi memiliki sifat amorf, memiliki ukuran *ultra fine*, dan sangat reaktif. Maka silika dari sekam padi dapat menghasilkan produk berbahan silika dengan kualitas yang lebih baik (Chandrasekar, 2006).

Silika banyak dimanfaatkan untuk berbagai aplikasi seperti dalam industri ban, karet, gelas, semen, beton, keramik, tekstil, dan dapat dimanfaatkan juga sebagai sumber energi (Kirk, 1984). Karakteristik sekam padi yang unik dibandingkan dengan limbah pertanian yang lain yaitu memiliki kandungan silika yang tinggi, porositas yang tinggi, ringan, dan luas permukaannya yang tinggi membuatnya bernilai untuk diaplikasikan di berbagai industri (Soltani, 2014). Nanosilika umumnya disintesis menggunakan metode sol gel dari bahan baku TEOS (*tetraethyl orthosilicate*) dengan penambahan pelarut beserta katalis. Pada penelitian ini, ingin dilihat potensi sekam padi yang mengandung silika sebagai bahan baku pengganti TEOS.

Pada penelitian ini, nanosilika disintesis dari bahan baku sekam padi menggunakan metode sol gel dengan pelarut etanol. Secara khusus, akan dipelajari pengaruh variabel percobaan pada metode sol gel (rasio volume etanol terhadap natrium silika dan waktu ageing) terhadap karakteristik produk nanosilika yang diperoleh. Karakteristik nanosilika tersebut meliputi karakteristik morfologi, komposisi dan struktur kristal.



Metode Penelitian

Sebanyak 6 gram sekam padi berukuran -80+100 mesh ditimbang. Lalu 100 mL larutan asam sitrat 5% b/v disiapkan. Sekam padi ditambahkan pada larutan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada *hot plate* pada suhu 80°C selama 20 menit. Setelah pengadukan, sekam padi disaring lalu dicuci dengan aquademin selama 20 menit dan disaring kembali. Sekam padi dikeringkan dengan *oven* pada suhu 110°C selama 24 jam. Setelah sekam padi kering, dilakukan pembakaran dengan *muffle furnace* pada suhu 750°C selama 5 jam.

Abu sekam padi sebanyak 1 gram dicampurkan dengan 50 mL NaOH 2,5 M sambil dilakukan pemanasan pada suhu 100°C selama 1 jam. Larutan natrium silika kemudian disaring dengan kertas saring *Whatman* 42 dan dicuci dengan aquademin. Kemudian larutan natrium silika ditambahkan pelarut etanol dan H₂SO₄ pekat hingga pH filtrat 2. Variasi rasio volume natrium silika : etanol yang dilakukan adalah 1:9, 1:16, dan 1:23. Lalu larutan dibiarkan (proses *ageing*) selama beberapa hari. Variasi waktu *ageing* yang dilakukan yaitu sebesar 1,3, dan 7 hari. Setelah dilakukan proses *ageing*, larutan ditambahkan NH₃ hingga pH 8. Larutan diaduk kembali selama 2 jam dan gel yang diperoleh disentrifugasi dengan kecepatan 6000 rpm selama 15 menit. Gel nanosilika dikeringkan di dalam *oven* pada suhu 110°C selama 24 jam. Nanosilika yang diperoleh dicek ukurannya menggunakan mortar. Sampel nanosilika yang diperoleh kemudian dilarutkan ke dalam larutan asam HCl 1M dan diaduk menggunakan batang pengaduk selama 5 menit. Kemudian nanosilika dikeringkan kembali di dalam *oven* pada suhu 110°C selama 24 jam.

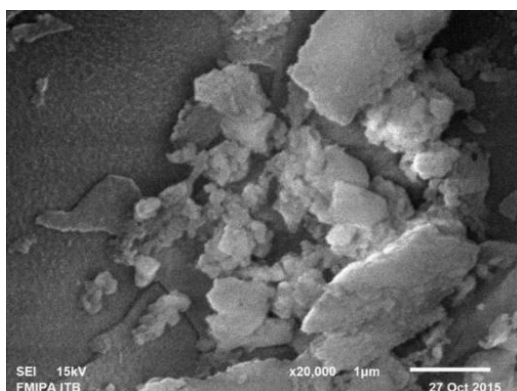
Hasil dan pembahasan

Analisis Abu Sekam Padi

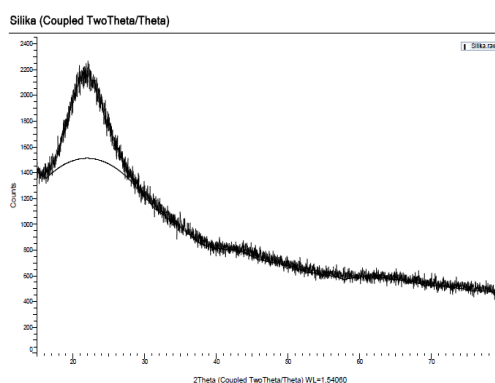
Hasil analisa morfologi abu sekam padi dengan SEM dilakukan pada perbesaran 20.000 kali ditunjukkan oleh Gambar 1. Terlihat morfologi sekam padi pada permukaannya sangat halus. Selain itu, tonjolan dan rambut-rambut halus tampak tidak terlihat pada morfologi abu sekam padi. Rambut-rambut halus pada morfologi sekam padi menunjukkan adanya pengotor lain selain silika (Chandra, 2012). Maka, pada abu sekam padi yang diperoleh sudah tidak ada lagi pengotor inorganik lain selain silika.

Hasil analisa komposisi dari abu sekam padi dapat dilihat pada Tabel 1. Terdapat dua senyawa yaitu karbon sebesar 6,92% dan silika (SiO₂) sebesar 93,08%. Kandungan silika yang cukup tinggi ini didapat karena pengotor-pengotor inorganik dalam sekam padi telah dihilangkan pada saat metode *leaching*. Pada penelitian yang dilakukan Umeda Junko dkk. (2009), kemurnian silika yang diperoleh mencapai 99,56%. Meskipun pengotor-pengotor inorganik berhasil dihilangkan, unsur karbon pada percobaan ini belum terbakar secara sempurna sehingga kemurnian silika yang didapat 93,08%. Namun pada percobaan ini dapat dinilai kemurnian silika sudah cukup baik (kemurnian silika di atas 90%).

Silika yang diinginkan adalah silika amorf karena bersifat lebih reaktif dan lebih aman untuk kesehatan manusia. Dapat dilihat pada Gambar 2, *peak* terbentuk pada sudut 2θ = 22°. *Peak* yang terbentuk antara sudut 2θ = 22-23° menunjukkan adanya senyawa silika (Nuntiya, 2007). Menurut Krishnarao (1992), bukit yang lebar dan landai menunjukkan bahwa silika yang terkandung pada abu sekam padi memiliki struktur padatan yang amorf. Bukit yang terbentuk tersebut merupakan bukit yang landai dan dapat disimpulkan silika yang dihasilkan berstruktur amorf.



Gambar 1 Uji SEM perbesaran 20.000 kali untuk abu sekam padi



Gambar 2 Uji XRD untuk abu sekam padi

Tabel 1 Komposisi sekam padi

<i>Compound</i>	<i>Mass %</i>
C	6,92
SiO ₂	93,08

Analisis Variasi Pelarut

Karakteristik morfologi nanosilika variasi pelarut ditunjukkan pada Gambar 3. Sampel dengan variasi pelarut 1:9 partikelnya berbentuk bulat dan terpisah satu sama lainnya, namun partikel tidak semuanya berbentuk bulat. Ukuran diameter partikelnya yaitu sebesar kira-kira 2,64 μm . Untuk sampel dengan variasi pelarut 1:16, partikel sampel tampak berbentuk bulat tidak sempurna karena menempel satu sama lainnya. Selain itu, terdapat lapisan yang membungkus partikel bulat tersebut. Pada Gambar 3 bagian b) terdapat dua partikel yang berukuran berbeda jauh yaitu diameternya 1,07 μm dan 2,71 μm . Untuk sampel dengan variasi pelarut 1:23, partikel terpisah satu sama lain, namun partikel telah pecah atau berbentuk setengah bola (*nanocups*). Dari Gambar 3 bagian c), diambil partikel yang utuh dan ukuran diameternya berkisar antara 312,5 nm – 875 nm. Ukuran partikel pada variasi pelarut 1:23 merupakan ukuran diameter yang terkecil dan sesuai dengan yang diinginkan. Namun, terdapat sebagian partikel yang hancur.

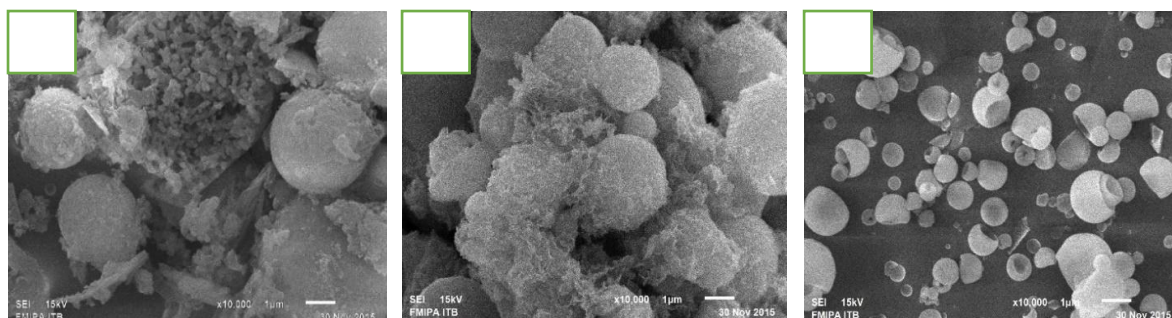
Ukuran partikel yang terkecil didapatkan dari variasi rasio pelarut 1:23 (jumlah pelarut yang terbanyak) karena pada proses *ageing* terjadi proses polimerisasi dan syneresis. Jumlah pelarut etanol yang semakin banyak mengakibatkan kondensasi berlanjut selama waktu *ageing*. Semakin banyak jumlah pelarut etanol yang digunakan, proses polimerisasi dan proses syneresis akan semakin sering terjadi, sehingga mengakibatkan partikel semakin menyusut.

Pada variasi rasio pelarut 1:23 juga dihasilkan bentuk *nanocups* silika karena adanya proses syneresis. Pada proses penyusutan partikel nanosilika, diduga partikel runtuh karena adanya pengusiran cairan dari pori-pori nanosilika sehingga terdapat partikel yang seperti berlubang. Nanosilika yang terbentuk sebelumnya diduga memiliki bentuk yang tidak merata (terdapat bagian yang kosong).

Analisa komposisi oleh EDX dari ketiga variasi pelarut dapat dilihat pada Tabel 2. Nanosilika yang dihasilkan berkomposisi karbon nitrogen, natrium oksida, silika, dan sulfur trioksida. Dilihat dari komposisi silikanya, komposisi yang tertinggi pada variasi pelarut 1:16 yaitu sebesar 56,85%. Komposisi silika pada variasi 1:9 yaitu sebesar 32,45% dan pada variasi 1:23 sebesar 10,57%.

Dari hasil analisa komposisi, dapat disimpulkan variasi 1:16 menghasilkan hasil yang terbaik karena kandungan silikanya yang tertinggi. Walaupun ukuran diameter partikelnya tidak sekecil pada variasi 1:23, untuk percobaan selanjutnya yaitu variasi waktu *ageing* akan digunakan variasi 1:16 untuk natrium silika terhadap pelarut etanolnya. Dari hasil analisa yang diperoleh maka semakin banyak pelarut etanol terhadap natrium silika pada percobaan, maka ukuran partikel yang dihasilkan akan semakin kecil. Namun variasi pelarut etanol tidak mempengaruhi kemurnian silika pada sampel yang dihasilkan.

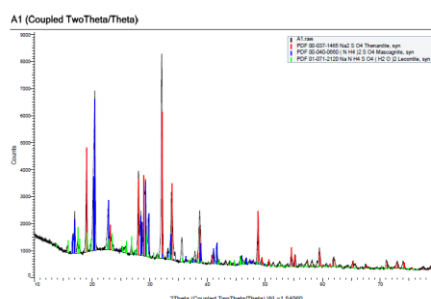
Hasil analisa struktur dari variasi rasio pelarut 1:9 ditunjukkan pada Gambar 4. Hasil analisa tersebut menunjukkan terdapat pola-pola dominan yang menunjukkan adanya senyawa natrium sulfat (thernardite), amonium sulfat (mascagnite), dan natrium amonium sulfat hidrat (lecontite). Untuk hasil analisa struktur dari variasi rasio 1:16 dan 1:23 memiliki hasil yang sama. Pola dari puncak-puncak yang tajam tersebut menunjukkan ketiga sampel nanosilika memiliki struktur semi kristalin dikarenakan masih adanya pengotor pada sampel sehingga pembentukan nanosilika amorf terhambat.



Gambar 3 Uji SEM perbesaran 10.000 kali untuk nanosilika: a) variasi pelarut 1:9, b) variasi pelarut 1:16, c) variasi pelarut 1:23

Tabel 2 Uji EDX untuk nanosilika variasi pelarut

Variasi pelarut 1:9		Variasi pelarut 1:16		Variasi pelarut 1:23	
Compound	Mass %	Compound	Mass %	Compound	Mass %
C	7,1	C	8,1	C	-
N	32,01	N	26,87	N	37,61
Na ₂ O	3,19	Na ₂ O	1,22	Na ₂ O	1,09
SiO ₂	32,45	SiO ₂	56,85	SiO ₂	10,57
SO ₃	25,25	SO ₃	6,96	SO ₃	50,74

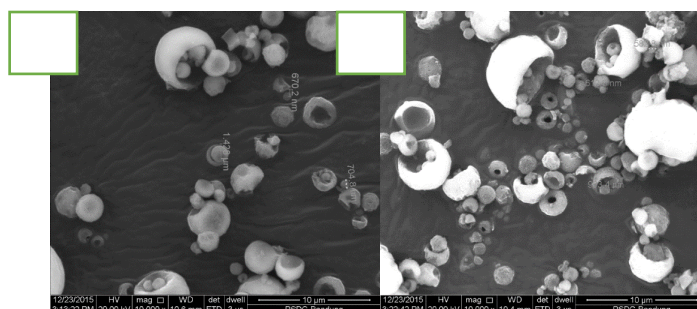


Gambar 4 Uji XRD nanosilika dengan variasi rasio pelarut 1:9

Analisis Variasi Waktu Ageing

Hasil uji morfologi dari sampel dengan waktu *ageing* 3 hari dan 7 hari dapat dilihat pada Gambar 5. Dari hasil analisa morfologi yang diperoleh, dari kedua variasi yang dilakukan, bentuk partikel yaitu bulat namun hancur dan tidak utuh. Selain itu, partikel memiliki ukuran yang tidak *uniform*. Pada kedua percobaan ini, bentuk partikel yang diperoleh sangat menyerupai *nanocups* silika. Hal yang memungkinkan terbentuknya *nanocups* yaitu pelarut etanol yang digunakan. Pada percobaan yang dilakukan oleh Jianwei Lu dkk. (2013), untuk pembuatan *nanocups* TiO₂, dilakukan pencucian menggunakan pelarut etanol pada prosesnya. Menurut percobaan yang dilakukan oleh Sungyeol Park dkk. (2011), penggunaan *solvent* dapat mempengaruhi pembentukan *nanocups* TiO₂. Beberapa jenis *solvent* dapat menyebabkan adanya pemisahan fasa pada partikel, dimana terdapat fasa yang kaya dan fasa yang miskin. Ketika terjadi penguapan pada *solvent*, maka terbentuk formasi partikel yang berbentuk seperti *cup* atau cangkir. Diduga hal yang sama mempengaruhi terbentuknya nanopartikel SiO₂.

Ukuran partikel yang diperoleh cukup bervariasi dari yang sangat kecil ke yang besar. Untuk waktu *ageing* 3 hari, diameter partikel berkisar antara 670,2 nm – 1,428 mikrometer. Untuk waktu *ageing* 7 hari, diameter partikel berkisar antara 582,8 nm – 993,4 nm. Tidak ada perbedaan yang signifikan antara ukuran kedua sampel ini, namun terdapat sedikit perbedaan yaitu pada diameter partikel dengan waktu *ageing* 7 hari berukuran lebih kecil daripada partikel dengan waktu *ageing* 3 hari. Maka pada penelitian ini, semakin lama waktu *ageing*, semakin kecil partikel nanosilika yang diperoleh. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu *ageing*, semakin lama pula reaksi kondensasi berlangsung. Seperti yang telah dijelaskan sebelumnya, reaksi kondensasi akan menghasilkan reaksi polimerisasi dan syneresis. Adanya proses syneresis mengakibatkan adanya penyusutan partikel dan menyebabkan ukuran nanosilika semakin kecil.



Gambar 5 Uji SEM untuk nanosilika a) waktu *ageing* 3 hari, b) waktu *ageing* 7 hari

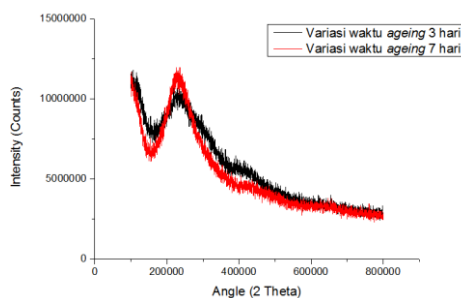
Untuk analisa komposisi oleh EDX, dapat dilihat pada Tabel 3. Jika dilihat dari komposisi sampel, unsur yang ada dalam sampel yaitu karbon, oksigen, dan silikon. Pada hasil percobaan ini, pengotor lain selain karbon telah dapat dihilangkan. Uji komposisi pada kedua percobaan ini tidak dilakukan pada spek oksida seperti sebelumnya. Maka kedua sampel ini dinilai dari unsur silikonnya. Untuk percobaan dengan waktu *ageing* 3 hari, komposisi

silikon yang didapat yaitu sebesar 11,07%. Untuk percobaan dengan waktu *ageing* 7 hari, komposisi silikon yang didapat yaitu sebesar 17,86%. Kesimpulan yang diperoleh yaitu komposisi silikon lebih besar pada waktu *ageing* terlama yaitu 7 hari.

Tabel 3 Komposisi nanosilika variasi waktu *ageing*

Waktu ageing 3 hari		Waktu ageing 7 hari	
Element	Wt%	Element	Wt%
C	54,45	C	43,9
O	34,48	O	38,24
Si	11,07	Si	17,86

Analisa struktur dari hasil sampel yang diperoleh ditunjukkan oleh Gambar 6. Dapat dilihat pada gambar di atas, keduanya memiliki bukit pada 2θ 22° . Bukit pada 2θ 22° tersebut telah terlihat pada hasil analisa abu sekam padi sebelumnya yang merupakan silika amorf yang diharapkan. Hasil ini diperoleh karena pada percobaan variasi waktu *ageing*, terdapat adanya penambahan larutan HCl yang dapat menghilangkan pengotor-pengotor inorganik yang dapat menyebabkan struktur kristalin pada sampel. Dalam percobaan variasi waktu *ageing*, dari segi morfologi terdapat adanya kemiripan yaitu menyerupai *nanocups*. Variasi waktu *ageing* mempengaruhi ukuran diameter partikel, dimana waktu *ageing* yang lebih lama memiliki ukuran yang lebih kecil. Variasi waktu *ageing* juga mempengaruhi kandungan silikon, dimana waktu *ageing* yang lebih lama memiliki kandungan silikon yang lebih tinggi.



Gambar 6 Uji XRD untuk nanosilika dengan variasi waktu *ageing* 3 dan 7 hari

Kesimpulan

1. Pada percobaan pendahuluan, abu sekam padi yang dihasilkan memiliki kemurnian silika 93,08% dan memiliki struktur amorf.
2. Variasi rasio pelarut yang paling besar (1:23) dan waktu *ageing* selama 1 hari memiliki ukuran nanosilika yang terkecil.
3. Di antara ketiga variasi rasio pelarut, ketiga-tiganya memiliki struktur semi kristalin.
4. Variasi rasio pelarut yang terbaik adalah 1:16 karena memiliki kemurnian silika tertinggi yaitu 56,85%.
5. Pada variasi waktu *ageing* diperoleh *nanocups* yang berstruktur amorf, namun memiliki ukuran tidak uniform dan kemurnian yang rendah yaitu sekitar 20-30%.

Daftar Pustaka

- Beganskiene, A., V. Sirutkaitis, M. Kurtinaitiene, R. Juskenas, and A. Kareiva, (2004), *FTIR, TEM, and NMR Investigations of Stober Silica Nanoparticles*. Material Science, 10.
- Chandra, A., Y.I.P.A. Miryanti, L.B. Widjaja, and A. Pramudita, (2012), *Isolasi dan Karakterisasi Silika dari Sekam Padi*. Universitas Katolik Parahayangan.
- Chandrasekhar, S., P.N. Pramada, and J. Majeed, (2006), *Effect of Calcination Temperature and Heating Rate on the Optical Properties and Reactivity of Rice Husk Ash*. Material Science, 41.
- Houston, D.F., (1972), *Rice Chemistry and Technology*, Vol. IV, St. Paul, Minnesota, USA: American Association of Cereal Chemist, Inc.
- Kirk, R.E., and Othmer, (1984), *Encyclopedia of Chemical Technology*. Fourth Edition, Vol.21, New York: John Wiley and Sons, Inc.



- Krishnarao, R.V., J. Subrahmanyam, and T.J. Kumar, (2001), *Studies on The Formation of Black Particles in Rice Husk Silica Ash*. Journal of European Ceramic Society, 21: p. 99-104.
- Lu, J., P. Zhang, and A. Li, (2013), *Mesoporous Anatase TiO₂ Nanocups with Plasmonic Metal Decoration for Highly Active Visible-light Photocatalysis* The Royal Society of Chemistry.
- Nuntiya, N.T.a.A., (2007), *Preparation of Nanosilica Powder from Rice Husk Ash by Precipitation Method*.
- Park, S., J.B. Kim, and S. Lee, (2012), *Synthesis of Titanium Oxide Nanocups by Electrospraying*.
- Prasad C.S., M.K., N., Venugopal R., (2011), *Effect of Rice Husk Ash in Whiteware Compositions*.
- Rusono, N., A. Suanri, A. Candradijaya, A. Muharam, I. Martino, Tejaningsih, P.U. Hadi, S.H. Susilowati, and M. Maulana, (2013), *Rencana Pembangunan Jangka Menengah Nasional (RPJMN) Bidang Pangan dan Pertanian 2015-2019*, p:11.
- Soltani, N., A. Bahrami, M.I. Pech-Canul, and L.A. González, (2014), *Review on the Physicochemical Treatments of Rice Husk for Production of Advanced Materials*. Chemical Engineering Journal.
- Sularjo, 2013, *Pemanfaatan Limbah Padi untuk Industri*.
- Umeda Junko, I.H., Kondoh Katsuyoshi, (2009), *Polysaccharide Hydrolysis and Metallic Impurities Removal Behavior of Rice Husks in Citric Acid Leaching Treatment*, 38.





Lembar Tanya Jawab

Moderator : Zainal A. (Politeknik Negeri Samarinda)

Notulen : Renung R. (UPN "Veteran" Yogyakarta)

1. Penanya : Axel (UPN)
Pertanyaan : Apa yang memicu kemurnian silica lebih tinggi pada vareasi etanol 1 : 16?
Jawaban : Pada vareasi 1 : 16 adalh titik maksimal untuk mendapatkan kemurnian paling tinggi. Rekasi etanol dan Na – Si akan mempengaruhi proses kondensasinya
2. Penanya : Renung (UPN)
Pertanyaan : bagaimana proses penambahan etanol sebelum jadi produk kering, apakah ada sesi pencucian etanol dengan aquadest?
Jawaban : Setelah jadi gel dicuci dengan aquadest baru kemudian dikeringkan (dengan 2 x pencucian aquadest).

